

POLYETHER-KETONE RESIN COMPOSITION AND CARRIER FOR PROCESSING AND TREATING SEMICONDUCTOR WAFER

Patent number: JP10007898
Publication date: 1998-01-13
Inventor: NOMURA HIDEO; MAEDA MITSUO
Applicant: SUMITOMO CHEM CO LTD
Classification:
- international: C08L71/00; B65D85/86; C08K7/06; H01L21/68
- european:
Application number: JP19960169934 19960628
Priority number(s):

Abstract of JP10007898

PROBLEM TO BE SOLVED: To produce a carrier for processing and treating semi-conductor wafers, excellent in stiffness, dimensional stability, antistatic properties and abrasion resistance, and a polyether-ketone resin composition which can give the carrier.

SOLUTION: This composition is prepared by formulating 5-100 pts.wt. of carbon fibers which are characterized by their average fiber diameter of 5-20 μ m and average fiber length of 30-500 μ m to 100 pts.wt. of a polyether-ketone resin, and has a surface specific resistance of $10^{<8>-10^{<12>}}$ Ω . In addition, the resin composition is used to mold a carrier for processing and treating semiconductor wafers.

Data supplied from the **esp@cenet** database - Worldwide

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平10-7898

(43) 公開日 平成10年(1998)1月13日

(51) Int. Cl. ⁴	識別記号	片内整理番号	P I	技術表示箇所
C 0 8 L 71/00	L Q J		C 0 8 L 71/00	L Q J
B 6 5 D 85/86			C 0 8 K 7/06	
C 0 8 K 7/06			H 0 1 L 21/68	T
H 0 1 L 21/68		0833-3E	B 6 5 D 85/38	R

審査請求 未請求 請求項の数 5 O L (全 6 頁)

(21) 出願番号	特願平3-169934	(71) 出願人	000002098 住友化学工業株式会社 大阪府大阪市中央区北浜4丁目5番33号
(22) 出願日	平成8年(1996)6月28日	(72) 発明者	野村 秀夫 茨城県つくば市北原6 住友化学工業株式 会社内
		(72) 発明者	前田 光男 茨城県つくば市北原6 住友化学工業株式 会社内
		(74) 代理人	弁理士 久保山 隆 (外1名)

(54) 【発明の名称】 ポリエーテルケトン樹脂組成物および半導体ウエハ加工・処理用キャリア

(57) 【要約】

【課題】剛性、寸法安定性、帯電防止性ならびに耐摩耗性に優れた半導体ウエハ加工・処理用キャリア、およびこれらを与えるポリエーテルケトン樹脂組成物を提供すること。

【解決手段】ポリエーテルケトン樹脂100重量部に対して、平均繊維径5～20 μ m、平均繊維長30～500 μ mであることを特徴とする炭素繊維5～100重量部を配合してなり、表面固有抵抗値が $10^4 \sim 10^{14} \Omega$ であるポリエーテルケトン樹脂組成物、及びこの樹脂組成物で成形された半導体ウエハ加工・処理用キャリア。

(2)

特開平10-7898

1

2

【特許請求の範囲】

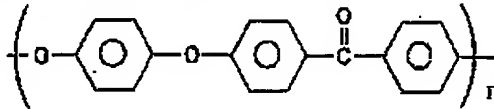
【請求項1】 ポリエーテルケトン樹脂100重量部に対して、平均繊維径が5～20μm、平均繊維長が30～500μmである炭素繊維5～100重量部を配合してなる、ポリエーテルケトン樹脂組成物。

【請求項2】 成形体にしたときの表面固有抵抗値が10*

* $10^{11}\Omega$ である請求項1記載のポリエーテルケトン樹脂組成物。

【請求項3】 ポリエーテルケトン樹脂が下記式で表されるものである、請求項1または2記載のポリエーテルケトン樹脂組成物。

【化1】



(式中、nは平均繰返し数である。)

【請求項4】 ポリエーテルケトン樹脂が、下記に定義される熔融粘度500～3800ポイズを有するものである、請求項1、2または3記載のポリエーテルケトン樹脂組成物。

熔融粘度：400℃に加熱された樹脂を内径1mm、長さ10mmのノズルからせん断速度1000sec⁻¹で押し出す時の見掛けの熔融粘度。

【請求項5】 請求項1、2、3または4記載のポリエーテルケトン樹脂組成物で成形された半導体ウエハ加工・処理用キャリア。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】 本発明は、寸法安定性、機械物性、帯電防止性ならびに耐摩耗性に優れた、半導体ウエハ加工・処理用キャリアおよびこれを与えるポリエーテルケトン樹脂組成物に関するものであるものである。

【0002】

【従来技術】 シリコンウエハに代表される半導体ウエハは、目的製品であるICチップが得られるまでに、多岐にわたる加工・処理工程を必要とする。例えば、シリコン半導体ICは、原料硅石から製造されたミラーウエハを基に、酸化、フォトリソ塗布、マスキング、露光、エッチング、減圧CVDによる結晶成長、洗浄等の工程の繰返しにより作成される。このようなウエハ処理工程で使用されるキャリア材料としては、テトラフルオロエチレンとパーフルオロアルキルビニルエーテルの共重合体（以下PFAと略す）、金属アルミニウムおよびポリプロピレン等が使用されている。PFA製キャリアは、主に洗浄用、および不純物拡散処理を施したウエハの保管用として、金属アルミニウム用キャリアは、レジストベーキング用として、ポリプロピレン製キャリアは搬送用として使用されるのが一般的であった。また、各工程間でのウエハの受替は通常ロボットにより行われることが多い。一方、保管用あるいは200℃までのレジストベーキング用にPFA製キャリアを用いる場合、高温で酸化して変形しやすい、成形時の収縮が大きく寸法精度に劣る等の問題が生じることがある。これを解決するために、例えば、特開昭60-147121号

公報においてはPFA樹脂の替わりにポリエーテルケトン樹脂（以下PEEKと略す）を用いてウエハ処理用容器を製造することが開示されている。しかし、PEEKを単独でキャリア材料として用いた場合にも高温での剛性に欠け、レジストベーキング時に変形が懸念されること、PEEKのガラス転移温度が143℃であるために、それ以上の温度での寸法精度に欠けること等の欠点を有しており、実際に使用においては不都合を生じることがあった。また、ウエハサイズの大形化に伴いPEEK製キャリアの上記欠点はこれまで以上に実用上の不都合をまねくことが予想される。

【0003】

【発明が解決しようとする課題】 本発明は、以上の問題点を解決して、剛性、寸法安定性、帯電防止性ならびに耐摩耗性に優れた半導体ウエハ加工・処理用キャリア、およびこれを与えるポリエーテルケトン樹脂組成物を提供することを目的とするものである。

【0004】

【課題を解決するための手段】 本発明者らは、上記問題点を解決するために鋭意検討した結果、ポリエーテルケトン樹脂に特定の炭素繊維を特定量配合することにより、上記目的が達成できる組成物を得ることができ、該組成物から成形された半導体ウエハ加工・処理用キャリアは、その加工・処理工程において優れた適性を有することを見だし本発明に至った。すなわち、本発明は、ポリエーテルケトン樹脂100重量部に対して、平均繊維径5～20μm、平均繊維長30～500μmである炭素繊維5～100重量部を配合してなる、ポリエーテルケトン樹脂組成物、及びこの樹脂組成物で成形された半導体ウエハ加工・処理用キャリアに関する。

【0005】

【発明の実施の形態】 本発明で使用するポリエーテルケトン樹脂とは、フェニルケトン構造とフェニルエーテル構造を主構造として併せもつ樹脂である。ポリエーテルケトンの構造としては、例えば下記のものを例示することができるがこれらに限定されるものではない。

【0006】

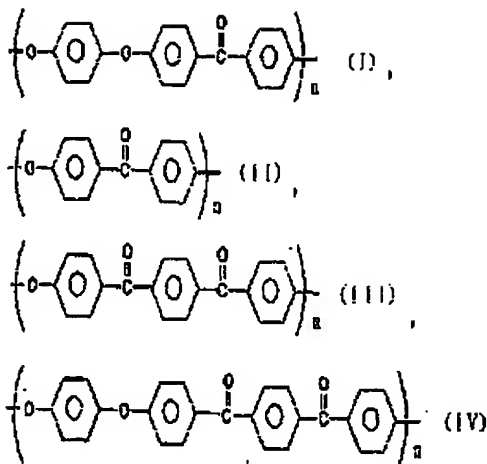
【化2】

(3)

特開平10-7898

3

4



耐熱性、機械的物性、加工性のバランスから、特に好ましいポリエーテルケトンは、上式(I)で表される繰り返し構造単位のものであり、市販品としては商品名V
ictrex PEEK(VICTREX社製)が挙げられ、V
ictrex PEEKのグレードとしては、150P、151G、380P、381G、450P、450Gが挙げられ、下記に定義される溶融粘度は、それぞれ1500ポイズ、1500ポイズ、3800ポイズ、3800ポイズ、4500ポイズ、4500ポイズである。

【0007】本発明で用いられる炭素繊維は、化学組成の90%以上が炭素より成る繊維状物質であり、原料としてはポリアクリロニトリル、ピッチ、再生セルロースなどを用いることができる。これらの原料を用いて紡糸された繊維前駆体を1000~2000℃で処理したもの、あるいは2000~3000℃で黒鉛化したものが高強度、高弾性を示すため、一般に用いられる。より高強度、高弾性の繊維を得るためには、ポリアクリロニトリルを原料とすることが好ましい。また、炭素繊維の平均繊維径を500μm以下にするための手段は特に限定されないが、金属、セラミック等でのハンマリング粉砕により製造されるのが一般的である。本発明で用いられる炭素繊維の平均繊維径は、5~20μm、平均繊維長は30~500μmである。好ましい炭素繊維の平均繊維径は5~15μm、平均繊維長は30~200μmである。平均繊維径が5μm未満であっても本組成物の剛性、寸法安定性、帯電防止性を向上させる効果は平均繊維径5~20μmのものと同様と変わらないが、組成物製造のために押出機などを用いて溶融混練する場合に押し出し物の引き取り性が悪くなるため好ましくない。また、平均繊維径が20μmを超えると成形品の外観ならびに成形品中での均一分散性が悪くなり好ましくない。一方、平均繊維長が30μm未満のものは、組成物の剛性が不十分となるため好ましくない。また、平均繊維長

が500μmを超えるものは、それを用いた組成物の成形体の表面に炭素繊維が浮き上がり、表面状態が悪くなり、その組成物から成形した半導体ウエハ加工・処理用キャリアは使用時に、その繊維の破片が発生し汚染の原因となり好ましくない。本発明において、炭素繊維の平均繊維径および平均繊維長は、それぞれ数平均値で示される。これらは、例えば、次に示す方法により求めることができる。すなわち、炭素繊維約1gをコニカルピーカーに採取し、アセトン150mlを加え十分に分散させた後、約5mlを分取し、スライドガラス上に全面に滴下し自然乾燥を行う(炭素繊維約1000本がスライドガラス上に採取されるように行う)。さらにヘヤードライヤーにて、スライドガラス上の下側より加熱しアセトンを蒸発させる。次に、上記スライドガラスを投影機にセットし、100倍に拡大表示し、拡大投影された繊維長さを直尺にて測定記録する。数平均の繊維径および繊維長を次式により算出する。

数平均繊維径(または数平均繊維長) = $\left[(x_1 + x_2 + \dots + x_n) / n \right] \times 1 / 100$

(式中、xは各個の繊維径(または繊維長)の測定値、nは各個の番号であり、例えば、400、である。)ポリアクリロニトリルを原料とした炭素繊維の市販品としては、商品名バイロフィルM-FE、M-ME(三菱レーヨン(株)製)、商品名ベスファイトHTA-CMF-0070N/S、HTA-CMF-0160N/S(東邦レーヨン(株)製)などを例示することができる。また、ピッチを原料とした炭素繊維の市販品としては、商品名M2007S(呉羽化学(株)製)などが挙げられる。

【0008】本発明のポリエーテルケトン樹脂組成物において、ポリエーテルケトン樹脂100重量部に対して、平均繊維径5~20μm、平均繊維長30~1000μmである炭素繊維の配合量は5~100重量部であることが好ましい。特に好ましい配合量は10~50重

(4)

特開平10-7898

5

層部である。炭素繊維の配合量が5重量部未満の場合は、成形品の帯電防止性および剛性の改良効果が不十分となり好ましくない。また、炭素繊維の配合量が100重量部を越える場合は、成形品の導電性が高くなり過ぎ、半導体ウエハ加工・処理用キャリアとして使用する際に通電によるトラブルを生じる危険があること。また成形品の表面に組れが生じるため好ましくない。本発明のポリエーテルケトン樹脂組成物からつくられた成形体の表面固有抵抗値は $10^8 \sim 10^{11} \Omega$ が好ましい。表面固有抵抗値が $10^{11} \Omega$ より大きくなると成形体の帯電防止性が不十分となり、ほこり等の異物の付着が起りやすくなり、半導体ウエハを汚染することがあるため好ましくない。また、表面固有抵抗値が $10^8 \Omega$ 未満となると、成形体の導電性が高くなり過ぎ、半導体ウエハ加工・処理用キャリアとして使用する際に通電によるトラブルを生じる危険があること。また成形体の表面に組れが生じるため好ましくない。

【0009】半導体ウエハ加工・処理用キャリアの用途では、使用時に成形品からの包埋ガスの発生が多いと問題となる。本発明の樹脂組成物については、シフェニルスルホンに代表されるポリエーテルケトンの重合溶媒が上記包埋ガスとして若干量検出されることがあるが、これらの発生ガスは成形品のアニール処理により実用上問題の無いレベルまで低減することが可能である。一般的なアニール条件としては、 $180 \sim 230^\circ\text{C}$ において1時間～10時間処理が挙げられる。なお、本発明の組成物に必要に応じてガラス繊維、シリカアルミナ繊維、ウォラストナイト、チタン酸カリウムウィスカーなどの繊維状あるいは針状の増強材、炭酸カルシウム、ドロマイト、タルク、マイカ、クレイ、ガラスビーズなどの無機充填材、フッ素樹脂などの成型改良剤、染料、顔料などの着色剤、酸化防止剤、熱安定剤、紫外線吸収剤、帯電防止剤、界面活性剤などの通常の添加剤を1種以上添加することができる。また、少量の熱可塑性樹脂、例えば、ポリアミド、ポリエステル、ポリフェニレンスルフィド、ポリエーテルケトン、ポリカーボネート、ポリフェニレンエーテルおよびその変性物、ポリスルホン、ポリエーテルスルホン、ポリエーテルイミド、液晶ポリマーなどや、少量の熱硬化性樹脂、例えば、フェノール樹脂、エポキシ樹脂、ポリイミド樹脂などの一種または、二種以上を添加することもできる。

【0010】本発明のポリエーテルケトン樹脂組成物を得るための原料成分の配合手段は特に限定されない。ポリエーテルケトン、炭素繊維、必要に応じてガラス繊維などの増強剤や無機充填剤、成型改良剤、熱安定剤類等をヘンシェルミキサー、タンブラー等を用いて混合した後、押出機を用いて溶融混練することが好ましい。本発明のポリエーテルケトン樹脂組成物より成形された半導体ウエハ加工・処理用キャリアの形状については、特に

6

とができる。複数のウエハを隔離した状態で支持するための複数の溝をもつ形状のものが一般的である。尚、本発明のポリエーテルケトン樹脂組成物は、LCD製造の各工程で使用されるキャリアに対しても、その優れた耐熱性、寸法安定性、剛性、帯電防止性を生かして使用することができる。

【0011】

【発明の効果】本発明のポリエーテルケトン樹脂組成物は、寸法安定性、機械物性、帯電防止性ならびに耐摩耗性にすぐれている。該ポリエーテルケトン樹脂組成物を用いて成形された半導体ウエハ加工・処理用キャリアは、フォトリソストレーピング、洗浄、不純物拡散処理等の多岐にわたる加工・処理工程ならびにそれらの保管、搬送用に適しており、工程間でのウエハの乗せ替えも省略できることから該用途に極めて有用なものである。また、該ポリエーテルケトン樹脂組成物で成形された半導体ウエハ加工・処理用キャリアは、今後予想されるウエハの大型化に対して特に有用なものである。

【0012】

【実施例】以下、本発明の実施例を示すが、本発明はこれらに限定されるものではない。なお、実施例中の各種物性の測定および試験は次の方法で行った。

(1) 成形収縮率：64mm角、厚み3mmの平板形状の試験片を成形し、流れ方向の成形収縮率を測定した。

(2) 線膨張係数：ASTM4号ダンベルを成形し、ネック部中央を切り出し、流れ方向の線膨張係数を熱機械分析装置を用いて測定した。

(3) 引張強度：ASTM4号引張ダンベルを成形し、ASTM D638に準拠して測定した。(4) 曲げ弾性率、荷重たわみ温度：長さ127mm、幅12.7mm、厚み6.4mmの試験片を成形し、それぞれASTM D790、ASTM D648に準拠して測定した。

(5) 表面固有抵抗：成形収縮率測定用の試験片を用い、絶縁抵抗計（京亜電液工業性製SE-10型）で、電圧250Vで測定した。

(6) 耐薬品性試験：ASTM4号ダンベルを成形し、各種薬品に室温で所定時間浸漬した後の重量変化、および引張強度の保持率を評価した。

(7) テーパー摩耗試験：100mm角、厚み1.6mmの試験片を成形し、JIS K7204に準拠し、荷重1000gfの条件下で測定した。

【0013】実施例1～5、比較例1～3
ポリエーテルケトン樹脂である商品名Victrex PEEK 150P（Victrex社製）と平均繊維径が6μmで平均繊維長が表1に示したとおりの、ポリアクリロニトリル原料の炭素繊維を表1に示す組成でヘンシェルミキサーで混合後、二軸押出機（池田鉄工（株）製PCM-30型）を用いて、シリンダー温度340℃で造粒し、ポリエーテルケトン樹脂組成物を得

(5)

特開平10-7898

7

8

た。得られたペレットは、日精樹脂工業（株）製PS40E5ASE型射出成形機を用いて、シリンダー温度360℃、金型温度160℃で射出成形を行い、ASTM4号ダンベル、JIS1（1/2）号ダンベル、曲げ試験片、成形収縮率評価用試験片およびテーパー摩耗試験片を成形し、これらを用いて上記方法により成形収縮率、膨張係数、引張強度、曲げ弾性率の測定および耐薬品性試験、耐摩耗性試験を行った。結果を表1および表2に示す。本発明のポリエーテルケトン樹脂組成物（実施例1～5）は、帯電防止性に優れ、成形収縮率および200℃までの膨張係数が極めて低い値を示すとともに、優れた耐薬品性、機械物性ならびに耐摩耗性を有していた。また、ポリエーテルケトン樹脂組成物中の炭素繊維の配合量が5重量%未満のもの（比較例1、2）は、帯電防止効果が不十分であるとともに成形収縮*

*率、膨張係数の低減効果が十分でない。特に、炭素繊維を全く含まないもの（比較例1）は、150℃以上での膨張係数著しく高かった。また、炭素繊維の配合量が100重量%を超えるもの（比較例3）は、表面固有抵抗値が著しく小さくなるとともに成形品の表面状態が悪くなり、またその磨耗量が多かった。

【0014】比較例4、5

炭素繊維として、平均繊維径6μm、平均繊維長1000μmのものを用いる以外は、実施例1と同様に混合、造粒した組成物について実施した結果（比較例4、5）を表1に示す。炭素繊維の平均繊維長が500μmを超えるもの（比較例4、5）は、成形品の外観が著しく悪くなった。

【0015】

【表1】

実施例	組成（重量部）		成形収縮率（％）	膨張係数 $\times 10^{-6}$ （/℃）	引張強度 （kg/cm ² ）	曲げ強度 （kg/cm ² ）	荷重たわみ 度（℃）	表面固有抵抗 （Ω）	テーパー 磨耗量 （mg/1000回）	成形品の表面状態 （ ⁽¹⁾ ）	帯電性 （ ⁽²⁾ ）
	ポリエーテルケトン	炭素繊維（平均繊維長μm）									
1	100	—	—	1.9	1400	68500	223	$10^{11} \sim 10^{12}$	5.2	○	○
2	100	—	—	1.9	1250	77200	267	$10^{11} \sim 10^{12}$	7.2	○	○
3	100	—	—	2.0	1110	65700	262	$10^9 \sim 10^9$	9.1	○	○
4	100	—	—	1.9	2200	82200	252	$10^8 \sim 10^8$	9.8	○	○
5	—	100	—	1.5	1340	74600	269	$10^{10} \sim 10^{11}$	2.9	○	○
比較例											
1	100	—	—	1.70	1030	38000	166	10^4	3.1	○	○
2	100	—	—	1.46	1050	43500	170	10^6	6.2	○	○
3	100	—	—	0.14	2260	269000	333	10^3	20.9	×	×
4	100	—	—	0.34	1440	81000	321	$10^3 \sim 10^3$	9.1	×	×
5	100	—	—	0.42	1370	100000	323	10^3	21.3	×	×

(1) 成形品の表面状態は目視による評価である。○：良好、×：不良
(2) 帯電性 ○：良好、×：帯電物の引き取り性が悪い。

(6)

特開平10-7898

9

10

【0016】

* * 【表2】

耐薬品性 (当剤で2週間、浸漬後の測定値)

	薬品名	重量増加率 (%)				強度保持率 (%)			
		実施例1	例2	例3	例4	実施例1	例2	例3	例4
石 炭 薬 品	イソプロピルアルコール	0	0	0	0	100	100	100	100
	アセトン	0	0	0	0	100	100	100	100
	クロロホルム	0	0	0	0	100	100	100	100
	トリクレン	0	0	0	0	100	100	100	100
	酢酸エチル	0	0	0	0	100	100	100	100
	メチルエチルケトン	0	0	0	0	100	100	100	100
	N-メチル-2-ピロリ ドン	0	0	0	0	100	100	100	100
	30%過酸化水素水	0	0	0	0	100	100	100	100
無 機 薬 品	40%硫酸	0	0	0	0	100	100	100	100
	50%硫酸	0	0	0	0	100	100	100	100
	10%水酸化ナトリウム 水溶液	0	0	0	0	100	100	100	100